

ЛАБОРАТОРНАЯ  
ТЕХНИКА

УДК 535 + 531

МЕТОД И СИСТЕМА ДЛЯ ОЦЕНКИ МЕХАНИЧЕСКИХ И  
МОРФОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ДЕЛИКАТНЫХ  
МИКРОСТРУКТУР

©2026 г. Е. Д. Минаева<sup>а</sup>, Н. В. Минаев<sup>а</sup>, В. И. Юсупов<sup>а,\*</sup>

<sup>а</sup> Курчатовский комплекс кристаллографии и фотоники  
национального исследовательского центра “Курчатовский институт”  
Россия, 108840, Москва, Троицк, ул. Пионерская, 2  
\*e-mail: iouss@yandex.ru

Поступила в редакцию 27.06.2025 г.

После доработки 17.07.2025 г.

Принята к публикации 30.09.2025 г.

Представлены метод и экспериментальная установка для оценки механических и морфологических характеристик микроструктур, которые были апробированы на полимерных структурах, сформированных с помощью поверхностно-селективного лазерного спекания из биосовместимых микрочастиц. Разработанное устройство позволяет измерять разрывные усилия в диапазоне от 6 мг до 130 г с точностью до 3 мг, обеспечивая высокоточную оценку механических свойств деликатных структур. Исследование включало анализ внутренней структуры, пористости, распределения толщины и механической прочности полимерных образцов. Морфологические параметры были получены с использованием сканирующей электронной микроскопии и цифровой обработки изображений, включая аддитивную бинаризацию и оконтуривание интересующей области. Представленный метод и система могут применяться в различных областях, требующих точных измерений разрывных усилий, упругих и морфологических характеристик образцов.

## 1. ВВЕДЕНИЕ

В последние годы развитие тканевой инженерии и регенеративной медицины обусловило необходимость создания высокоэффективных и функциональных биосовместимых и биорезорбируемых структур (скаффолдов), способных поддерживать рост и развитие клеток [1, 2]. Одним из перспективных подходов формирования скаффолд-структур является технология поверхностно-селективного лазерного спекания из биосовместимых полимерных микрочастиц, поскольку она позволяет получать трехмерные

объекты с контролируемой пористостью и структурой, что напрямую влияет на поведение клеток в таких тканеинженерных конструкциях [3–7].

Важное место в технологиях тканевой инженерии и регенеративной медицины играют структурные и морфологические характеристики создаваемых структур, а также их механические свойства, такие как прочность и устойчивость к разрыву. Эти параметры обусловлены необходимостью обеспечения надежности и функциональности создаваемых структур, а также их способности выдерживать необходимые механические нагрузки при внедрении в организм [8].

Обычно создаваемые для тканевой инженерии скаффолды имеют сантиметровые (реже миллиметровые) масштабы [9, 10]. Однако в ряде случаев возникает необходимость разработки микроструктур с размерами по одному или двум направлениям меньше миллиметра, что позволяет более точно имитировать природную тканевую архитектуру и создать оптимальные условия для роста и дифференцировки клеток.

Для оценки механических свойств в настоящее время наиболее широко применяются методы измерения микро- и нанотвердости с помощью микромеханического вдавливания, например, с использованием дорогостоящего атомно-силового микроскопа, что позволяет определить локальные параметры жесткости поверхности и внутренней структуры [11]. В отличие от макроскопических образцов, для деликатных микроструктур, особенно из полимерных материалов или структур из спеченных порошковых материалов, отсутствуют стандартизованные методики испытаний на разрыв. В связи с этим возникает необходимость в разработке специализированных систем и подходов для определения механической прочности таких структур.

Что касается структурных и морфологических характеристик, таких как форма, распределение спеченных полимерных областей по размерам, внутренняя организация и пористость, – эти параметры для полимерных микроструктур в настоящее время остаются недостаточно изученными. Необходимость исследования морфологии обусловлена влиянием структурных параметров, таких как форма, размер и пористость, на функциональность и механические свойства полимерных микроструктур и скаффолов [1, 8]. Можно предположить, что при формировании микроструктур методом поверхностно-селективного лазерного спекания с использованием параллельного сканирования треками лазерного пятна особенности структуры на различных расстояниях от начального трека будут различаться. Это связано с тем, что при последовательных проходах происходят постепенное накопление тепла и увеличение уровня теплового воздействия из-за ограниченных возможностей отвода тепла, что, в свою очередь, может влиять на внутреннюю морфологию и пористость создаваемых структур. Таким образом, механические и морфологические особенности

образцов будут сложным образом зависеть от их ширины. При этом структуры, сформированные при малом количестве лазерных треков, могут оставаться практически не спеченными, что требует дальнейшего исследования.

Целями данной работы являются разработка и апробация простой экспериментальной установки и методики для оценки морфологических и механических свойств полимерных микроструктур, сформированных методом поверхностно-селективного лазерного спекания, а также анализ влияния технологических параметров на их внутреннюю структуру и прочностные характеристики.

## 2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

### *2.1. Материалы*

В качестве исходного полимера использовался коммерческий полилактид (КНР). Материал был измельчен при температуре  $-22^{\circ}\text{C}$  и затем просеян для выделения фракции с размером частиц до 100 мкм. Для предварительных исследований из полимерных микрочастиц формировались образцы в виде полоски длиной 10 мм, шириной 1 мм и толщиной около 400 мкм. Процесс поверхностно-селективного лазерного спекания (ПСЛС) осуществлялся с использованием установки, описанной в работе [5]. Она включает оптическую систему на базе гальваносканера с фокусирующим F-theta-объективом (размер пятна в перетяжке  $2\omega_0 = 280$  мкм) и непрерывный инфракрасный тулиевый лазер с длиной волны  $\lambda = 1960$  нм и максимальной мощностью  $P_{\max} = 3$  Вт. В состав установки входит также система формирования слоев порошкового материала [10, 12]. Спекание проводилось при скорости сканирования  $v=15$  мм/с, что соответствовало поверхностной плотности энергии  $F=22$  Дж/см<sup>2</sup>. Плотность лазерного воздействия при спекании составляла от 12 до 17 линий/мм. Для управления гальванометрической сканирующей системой и лазерным излучением использовалось программное обеспечение LDesigner (Атеко-ТМ, Россия). Процесс осаждения слоев осуществлялся в полуавтоматическом режиме с помощью микроконтроллера Arduino MEGA 2560 и платы RAMPS 1.4.

### *2.2. Анализ морфологии изготовленных микроструктур*

Морфология полученных полимерных микроструктур исследовалась по анализу поперечных сечений с помощью сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Для этого структуры были залиты в эпоксидную смолу UHU Plus Schnellfest (UHU GmbH & Co. KG, Германия), а после отверждения разрезаны на тонкие срезы толщиной около 5 мкм с помощью ультрамикротома Leica EM UC7 (Leica Microsystems, Германия), оснащенного

стеклянным ножом. Следует отметить, что материалы ПЛА и эпоксидная смола на оптических изображениях практически неразличимы, а СЭМ обеспечивает высокий контраст и точное выделение границ: на фоне темной эпоксидной смолы полилактид выделяется как светлый материал, что позволяет однозначно определить структуру (рис. 2).

На основе полученных с электронного микроскопа изображений были созданы изображения поперечных срезов по всей ширине полимерной микроструктуры. Далее проводилась обработка изображений, включающая последовательные этапы: 1) усреднение для устранения единичных выбросов, 2) выравнивание фона по средней яркости пикселей, 3) адаптивная бинаризация с подбором оптимального порога, обеспечивающего точное выделение спеченных структур в виде белых областей на черном фоне. Из полученных бинарных изображений определялось распределение толщины микроструктуры по всей ширине и оценивалась ее пористость. Для этого выполнялось оконтуривание микроструктуры с помощью плавной кривой, при котором внутри контура сохранялось подавляющее большинство областей белых пикселей. Пористость оценивалась как отношение количества белых пикселей к общему числу пикселей внутри контура.

### 2.3. Исследования механических свойств микроструктур

Для исследования механических характеристик микроструктур была собрана экспериментальная установка (рис. 1). Она включала однокоординатную подвижную платформу, расположенную на оптическом столе, с микрометрическим винтом, обеспечивающим точное управление перемещением. На этой платформе была закреплена тонкая миниатюрная линейная направляющая, выполненная в виде рельса, по которой свободно скользили две каретки. Одна из этих кареток была оснащена крепежным винтом, позволяющим надежно закрепить ее на направляющей, а вторая соединена посредством пружины с цилиндрическим держателем, расположенным на оптическом столе. Над подвижной платформой располагалась цифровая камера, снабженная кольцевым светодиодным осветителем, с помощью которой осуществлялся контроль за правильным расположением образца и проводилось наблюдение за процессом проведения испытаний.

**Рис. 1.** Фотографии специализированной установки (а) для исследования разрывного усилия микроструктур...

Перед началом испытаний полимерная микроструктура фиксировалась между каретками в горизонтальном положении с помощью фотоотверждающего полимера. После фиксации образца одна из кареток с помощью крепежного винта надежно закреплялась к направляющей. Далее оператор начинал вращение микрометрического винта, что приводило к перемещению подвижной платформы и, следовательно, к растяжению пружины,

прикрепленной через подвижную каретку к образцу. В результате этого растяжения происходил постепенный рост напряжения до момента разрыва образца.

По окончании испытания с помощью камеры фиксировались изображения разорванного образца, а также снимались показания с микрометрического винта. Разрывное усилие оценивалась по величине растяжения пружины с учетом ее упругих характеристик. Коэффициент упругости пружины, который определялся по ее растяжению при нагрузке 100 г, составил 6.4 г/мм. Такой подход обеспечивал точное измерение механических свойств микроструктур и позволял сравнивать их с теоретическими моделями и аналогами, созданными с использованием различных технологических методов.

Все результаты представлены как среднее и стандартное отклонение. Различие между средними оценивалось с помощью непараметрического статистического теста Манна–Уитни. Различие считалось значимым при  $p < 0.05$ .

### 3. РЕЗУЛЬТАТЫ И ДИСКУССИЯ

#### 3.1. Анализ морфологии изготовленных микроструктур

После изготовления ряда микроструктур полимера методом ПСЛС при различных значениях плотности заливки было проведено исследование их внутренней структуры с помощью сканирующей электронной микроскопии поперечных срезов. На рис. 2 представлены составные изображения, сформированные из нескольких последовательных СЭМ-снимков, полученных при перемещении вдоль всей ширины среза спеченной микроструктуры. На них светло-серые области, выделяющиеся на более темном пестром фоне, соответствуют полимеру. Можно заметить, что области большего размера расположены ближе к верхней поверхности и отсутствуют на краях образца. Ниже на том же рисунке приведено обработанное бинаризированное изображение, на котором микрочастицы и спеченные структуры четко выделены белым на черном фоне.

**Рис. 2.** Составные СЭМ изображения среза микроструктуры, полученной при плотности лазерного воздействия 12, 15 и 17 линий/мм ...

На рис. 3. представлено бинаризированное изображение сечения микроструктуры, аналогичное изображению на рис. 2, после ее оконтуривания. После выполнения оконтуривания была оценена пористость полученной микроструктуры, которая составила  $54 \pm 12\%$ . На рис. 3 приведено распределение толщины микроструктуры, полученной при плотности лазерного воздействия 12 линий/мм, по всей ее ширине. Видно, что по краям микроструктура тонкая, а при перемещении к середине ее толщина, испытывая значительные колебания, в среднем увеличивается. Среднее значение толщины данного образца составило  $119 \pm 56$  мкм. Отметим, что утоньшение микроструктуры по краям, вероятно, обусловлено

меньшими, чем в средней части образца, температурами, что может быть связано как с накоплением тепла при последовательных проходах, так и с распределение интенсивности в лазерном пятне, убывающей с расстоянием от оптической оси. Точная оценка температуры может быть выполнена с использование метода термографии [13].

**Рис. 3.** Оконтуренные изображения сечений микроструктур, полученных при плотности лазерного воздействия 12, 15 и 17 линий/мм ...

При увеличении плотности лазерного воздействия средние значения толщины микроструктур сначала увеличиваются до  $179 \pm 54$  мкм, а затем значительно уменьшаются (до  $89 \pm 36$  мкм) (рис. 4). Что касается пористости полученных микроструктур, то с увеличением плотности лазерного воздействия она в среднем монотонно уменьшалась с  $53 \pm 13\%$  при 12 линий/мм до  $41 \pm 10\%$  при 15 линий /мм и до  $37 \pm 8\%$  при 17 линий /мм.

**Рис. 4.** Зависимость толщины микроструктур от плотности лазерного воздействия

Таким образом, разработан метод оценки морфологических характеристик полимерных спеченных структур, позволяющий по срезам определять пористость и распределение значений толщины.

### 3.2 Исследования механических свойств микроструктур

На рис. 5а в качестве примера показана область между каретками экспериментальной установки с закрепленным между ними образцом во время испытаний на разрыв. Видно, что сразу после разрыва микроструктуры каретка с закрепленной на ней пружиной отскакивает на величину  $\Delta L \sim 2$  мм, возвращаясь в исходное положение, когда пружина не была растянута. После первого разрыва микроструктура была вновь закреплена между каретками, и было проведено повторное испытание на разрыв. Результаты показали, что разрывное усилие в этом случае увеличилось на 60% по сравнению с первым испытанием. На микроскопических изображениях мест разрывов микроструктуры (рис. 5б) видно, что линии разрывов значительно различаются по форме: при втором разрыве наблюдаются более выраженные крупномасштабные неоднородности.

**Рис. 5.** Оптические изображения микроструктур, закрепленных между каретками установки...

Исследование на разрыв образцов, полученных при различных плотностях заливки в диапазоне 12–17 линий/мм, показало, что наблюдаемые различия средних значений разрывных усилий не являются значимыми, что объясняется большим разбросом измеряемых величин (рис. 6). При увеличении плотности лазерного воздействия средние значения разрывного усилия сначала уменьшаются с  $4.9 \pm 4.8$  г до  $3.0 \pm 0.9$  г, а затем увеличиваются до  $6.4 \pm 4.1$  г.

## Рис. 6. Зависимость разрывного усилия микроструктур от плотности лазерного воздействия.

Отметим, что в проведенных экспериментах разрывное усилие варьировалось от 0.6 г до 19.2 г. Легко оценить, что для наших образцов с поперечным сечением  $S=0.1\text{--}0.5\text{ mm}^2$  и пористостью  $P=0.3\text{--}0.6$  разрывные усилия определялись диапазоном  $\sigma[\text{МПа}] \approx 0.01 \cdot F[\text{г}] / (S[\text{мм}^2] \cdot (1-P)) \sim 0.02 \text{--} 6.7$ , что охватывает диапазон разрывных усилий для кожи, хряща и кровеносных сосудов [14]. При этом разработанное устройство в принципе позволяет измерять разрывные усилия в диапазоне от 6 мг до 130 г с точностью до 3 мг. Благодаря видеосъемке процесса испытаний можно, сопоставляя растяжение образца с приложенным усилием, также оценивать его упругие свойства. Таким образом, предложены простое устройство и метод для оценки разрывного усилия и упругих свойств деликатных полимерных спеченных структур, которые могут быть использованы в различных приложениях.

## 4. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В ходе исследования разработана и апробирована экспериментальная установка, позволяющая эффективно оценивать морфологические и механические свойства различных микроструктур. Установка была испытана на полимерных образцах, изготовленных методом поверхностно-селективного лазерного спекания порошковых материалов. Анализ поперечных срезов показал, что параметры пористости и распределения толщины зависят от технологических условий, таких как плотность лазерного воздействия, что позволяет оптимизировать структуру для конкретных биомедицинских приложений. Механические испытания подтвердили, что предложенное устройство обеспечивает точное измерение разрывных усилий в широком диапазоне, что актуально для деликатных и тонких структур. Полученные результаты способствуют развитию методов контроля качества и характеристик микроструктур, расширяя возможности их применения в тканевой инженерии и регенеративной медицине.

## ФИНАНСИРОВАНИЕ РАБОТЫ

Работа выполнена в рамках государственного задания НИЦ “Курчатовский институт”.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Pina S., Ribeiro V.P., Marques C.F., Maia F.R., Silva T.H., Reis R.L., Oliveira J.M. // Materials (Basel). 2019. V. 12. № 11. P. 1824. <https://doi.org/10.3390/ma12111824>

2. *Percival K.M., Paul V., Husseini G.A.* // Int. J. Mol. Sci. 2024. V. 25 № 11. P. 6012. <https://doi.org/10.3390/ijms25116012>
3. *Charoo N.A., Barakh Ali S.F., Mohamed E.M., Kuttolamadom M.A., Ozkan T., Khan M.A., Rahman Z.* // Drug Dev. Ind. Pharm. 2020. V. 46 № 6. P. 869. <https://doi.org/10.1080/03639045.2020.1764027>
4. *Ferraz M.P.* // Int. J. Mol. Sci. 2024. V. 25 № 7. P. 3836. <https://doi.org/10.3390/ijms25073836>
5. *Demina T.S., Popyrina T.N., Minaeva E.D. et al.* // J. Mater. Res. Springer International Publishing, 2022. V. 37 № 4. P. 933. <https://doi.org/10.1557/s43578-022-00498-1>
6. *Баграташвили В., Антонов Е., Попов В., Юсупов В.* РФ Патент 150514U1, 2015.
7. *Минаев Н.В., Антонов Е.Н., Минаева С.А., Чурбанов С.Н.* // ПТЭ. 2019. № 1. P. 150. <https://doi.org/10.1134/S003281621901018X>
8. *Park S., Rahaman K.A., Kim Y.-C., Jeon H., Han H.-S.* // Bioact. Mater. 2024. V. 40. P. 345. <https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2024.06.022>
9. *Guven S., Chen P., Inci F., Tasoglu S., Erkmen B., Demirci U.* // Trends Biotechnol. 2015. V. 33 № 5. P. 269. <https://doi.org/10.1016/j.tibtech.2015.02.003>
10. *Минаев Н.В., Демина Т.С., Минаева С.А., Дулясова А.А., Минаева Е.Д., Гончуков С.А., Акопова Т.А., Тимашев П.С* // Изв. РАН. Серия физическая. 2020. Т. 84. № 11. P. 1530. <https://doi.org/10.31857/S0367676520110204>
11. *Dolgin J., Hanumantharao S.N., Farias S., Simon C.G., Rao S.* // Fibers. 2023. V. 11 № 5. P. 39. <https://doi.org/10.3390/fib11050039>
12. *Goodridge R.D., Tuck C.J., Hague R.J.M.* // Prog. Mater. Sci. 2012. V. 57 № 2. P. 229. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2011.04.001>
13. *Минаева Е.Д., Минаев Н.В., Попырина Т.Н., Демина Т.С., Игнатьева Н.Ю., Захаркина О.Л., Юсупов В.И.* // Вопросы материаловедения. Т. 124. № 4. 2025.
14. *Guimarães C.F., Gasperini L., Marques A.P., Reis R.L.* The stiffness of living tissues and its implications for tissue engineering // Nat. Rev. Mater. 2020. V. 5 № 5. P. 351. <https://doi.org/10.1038/s41578-019-0169-1>

## ПОДПИСИ К РИСУНКАМ

**Рис. 1.** Фотографии специализированной установки (а) для исследования разрывного усилия микроструктур и ее части с каретками (б, в, г): 1 – однокоординатная платформа с микрометрическим винтом, 2 – каретка с крепежным винтом, 3 – каретка, соединенная с пружиной 4, 5 – цифровая камера, 6 – кольцевой осветитель, 7 – полимерная микроструктура.

**Рис. 2.** Составные СЭМ-изображения среза микроструктуры, полученной при плотности лазерного воздействия 12, 15 и 17 линий/мм, и соответствующее бинаризированное изображение, полученное после обработки и выделения микрочастиц и спеченных структур. Стрелками показано направление лазерного излучения.

**Рис. 3.** Оконтуренные изображения сечений микроструктур, полученных при плотности лазерного воздействия 12, 15 и 17 линий/мм и соответствующие распределения толщин по ширине среза. Стрелками показано направление лазерного излучения.

**Рис. 4.** Зависимость толщины микроструктур от плотности лазерного воздействия.

**Рис. 5.** Оптические изображения микроструктур, закрепленных между каретками установки: а – структуры непосредственно до и сразу после разрыва;  $\Delta L$  – смещение каретки (на вставке показано микроскопическое изображение микроструктуры в месте закрепления с торцом каретки); б – микроскопические изображения мест разрывов микроструктуры при ее первом (1) и втором (2) разрывах.

**Рис. 6.** Зависимость разрывного усилия микроструктур от плотности лазерного воздействия.

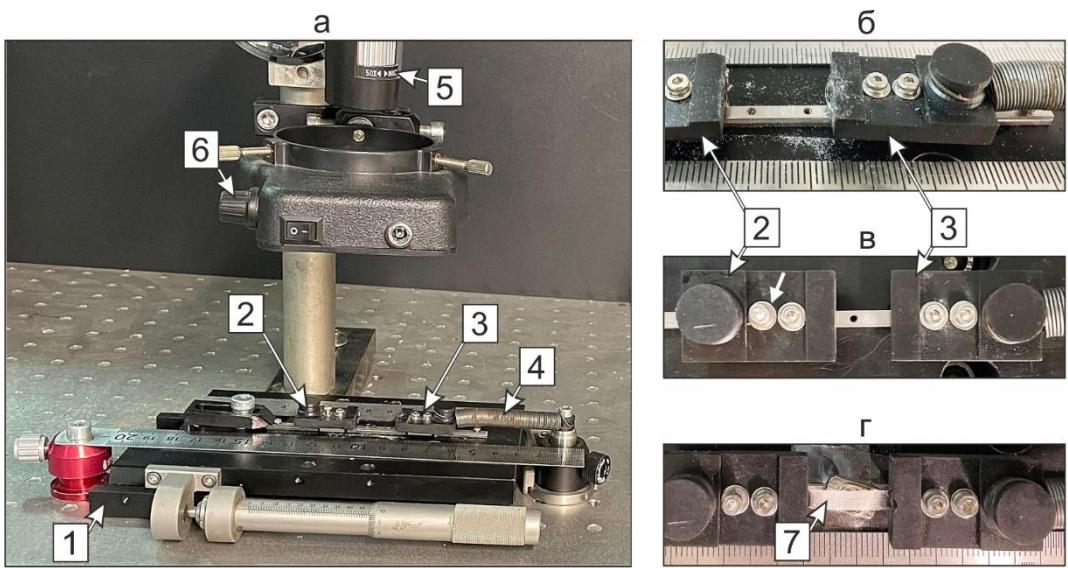


Рис. 1.

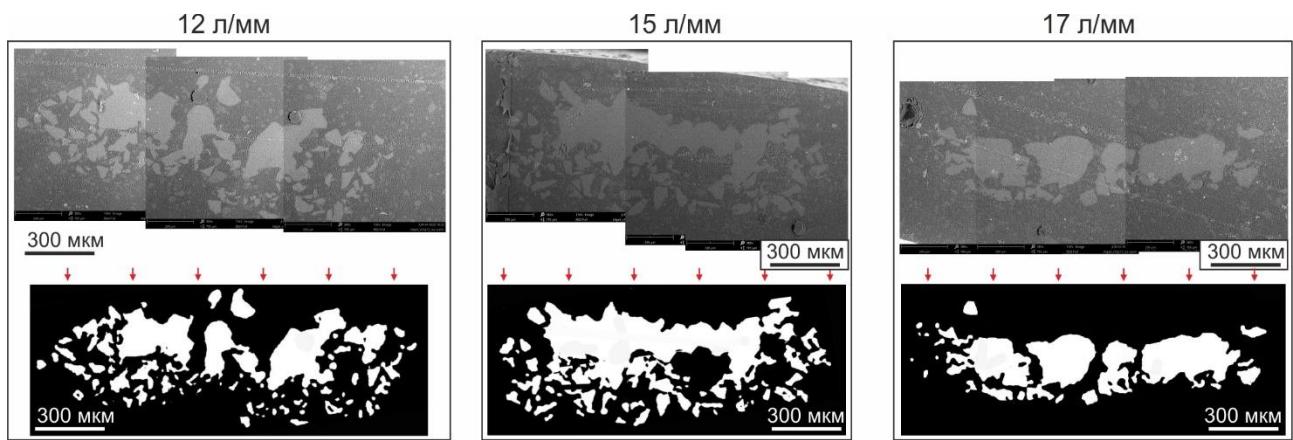


Рис. 2.

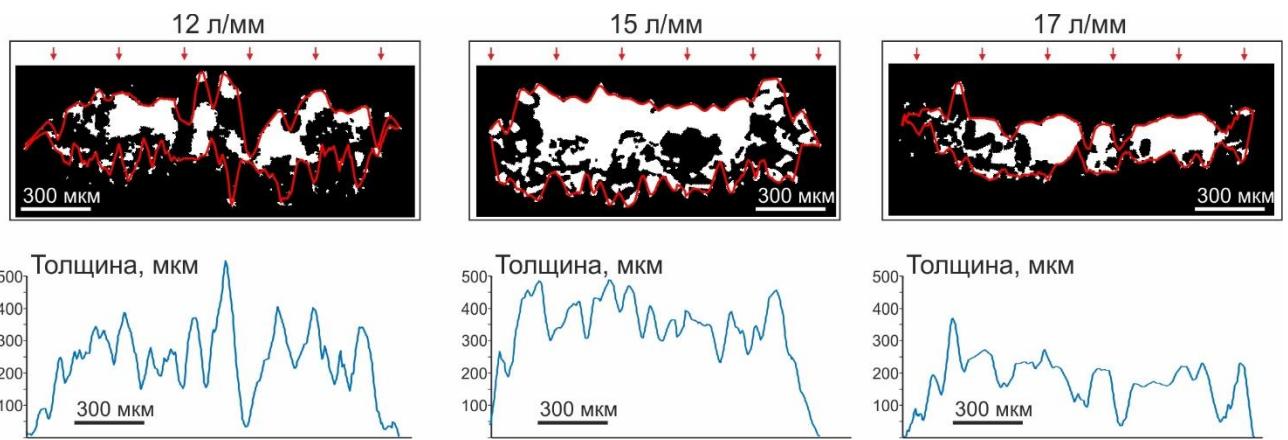


Рис. 3.

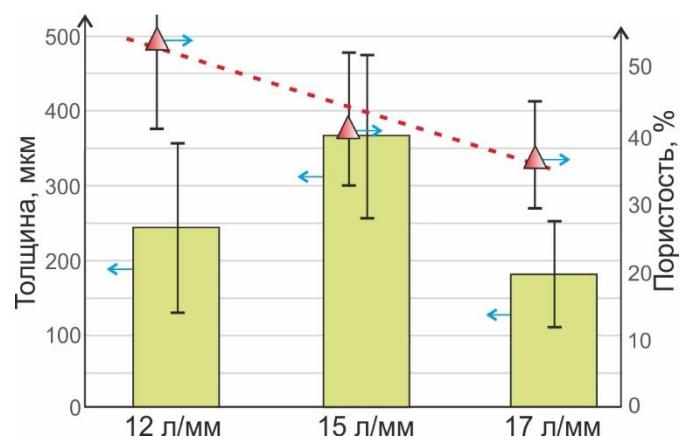


Рис. 4.

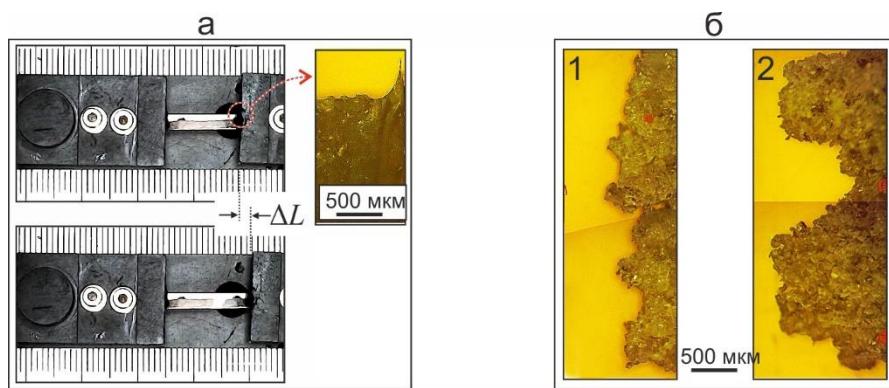
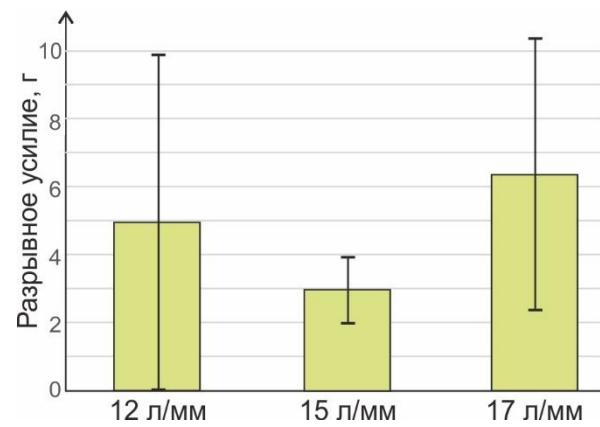


Рис. 5.



**Рис. 6.**